

PRODUKTY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-69
	Odczynniki	6193-18
	Pirydyna	Grupa katalogowa X 52

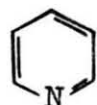
1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest pirydyna stosowana jako odczynnik chemiczny, otrzymywana z lekkich frakcji smoły koksowniczej, ługu sytnikowego i benzolu koksowniczego.

Pirydyna jest związkiem heterocyklicznym i ma:

a) wzór sumaryczny - C_5H_5N

b) wzór budowy



e) masę cząsteczkową - 79,10,

1.2. Normy związane

PN-66/C-04004 Przetwory naftowe. Oznaczanie gęstości masy właściwej

PN-68/C-04952 Analiza chemiczna. Oznaczanie współczynnika załamania światła produktów organicznych

PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

PN-54/C-80001 Odczynniki. Opakowanie, znakowanie i przechowywanie

PN/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

PN-64/C-97054 Produkty węglowodórne. Destylacja normalna metodą Krümmersa-Spilkera

PN-67/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

BN-66/0511-06 Produkty węglowodórne. Oznaczanie składu zasad pirydynowych metodą chromatografii gazowej

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od stopnia czystości rozróżnia się dwa gatunki pirydyny oznaczone:

cz.d.a. - czysty do analizy,

cz. - czysty.

2.2. Przykład oznaczenia pirydyny czystej do analizy:

PIRYDYNA p.a. (cz.d.a.) BN-69/6193-18

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Pirydyna cz. i cz.d.a. powinna być bezbarwną klarowną cieczą (w cylindrze pomiarowym o średnicy 50 mm) o charakterystycznym zapachu, rozpuszczalną w alkoholu, chloroformie, eterze, benzenie, mieszająca się z wodą w każdym stosunku; jest cieczą palną i higroskopijną.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Wymagania	Gatunki	
	cz.	cz.d.a.
a) Pirydyny, %, nie mniej niż	98	99
b) Gęstość ρ_4^{20} , g/cm ³	0,980÷0,985	0,981-0,983
c) Destylacja normalna: - co najmniej 95% objętościowych powinno destylować w zakresie temperatur, °C	113÷116	114÷116
d) Substancji nielotnych, %, nie więcej niż	0,02	0,01
e) Chlorków (Cl ⁻), %, nie więcej niż	0,002	0,001
f) Amoniak (NH ₄ ⁺), %, nie więcej niż	0,003	0,0015
g) Miedzi (Cu ²⁺)	odpowiada badaniu wg 5.2.7	
h) Substancji redukujących nadmanganian potasowy (jako tlen), %, nie więcej niż	0,002	0,001
i) Rozpuszczalność w wodzie	odpowiada badaniu wg 5.2.9	
j) Współczynnik załamania światła n_D^{20}	1,509÷1,510	

4. PAKOWANIE, PRZECCHOWYWANIE I TRANSPORT

Pirydynę cz. i cz.d.a. należy pakować, znakować i przechowywać zgodnie z PN-54/C-80001.

Znaki ostrzegawcze wykonać wg PN-67/O-79252 p. 2.3.3 i 2.3.5.

Zakłady Koksochemiczne „Hajduki”
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Rafinerii Nafty dnia 18 grudnia 1969 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 lipca 1970 r.
(Mon. Pol. nr 6/1970 poz. 62)

Wielkość opakowania: butelki o pojemności 100, 250, 500 g.

Na życzenie odbiorców po porozumieniu z dostawcą dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania.

Pirydynę cz. i cz.d.a. należy transportować zgodnie z przepisami dla materiałów łatwopalnych w krytych wagonach kolejowych lub samochodach ciężarowych.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 750 g.

5.2. Rodzaje i opis badań

5.2.1. Oznaczanie zawartości pirydyny - wg BN-66/0511-06.

5.2.2. Gęstość. Oznaczanie gęstości należy wykonać wg PN-66/C-04004 areometrem, przyjmując we wzorze na obliczenie gęstości współczynnik $\gamma = 0,0009$.

5.2.3. Destylacja normalna - wg PN-64/C-97054.

5.2.4. Oznaczanie substancji nielotnych. 20 ml badanej pirydyny odważyć z dokładnością do 0,0002 g, umieścić w parownicy porcelanowej lub szklanej o średnicy 70 $\pm$ 3 mm i odparować do sucha na łaźni wodnej. Następnie parownicę umieścić w suszarce i suszyć do stałej masy w temperaturze 105°C.

Zawartość substancji nielotnych (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym:

- m_1 - masa tygla wraz z pozostałością, g,
- m_2 - masa pustego tygla, g,
- m - masa badanej próbki, g.

5.2.5. Oznaczanie zawartości chlorków

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory

- a) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1n.
- b) Kwas azotowy cz.d.a. (1,15).
- c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Cl^- przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony wodą destylowaną w stosunku do 1:99. 1 ml rozcieńczonego wzorcowego roztworu zawiera 0,01 mg Cl^- .

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 2 ml badanej pirydyny rozpuścić w 25 ml wody. Dodać 2 ml kwasu azotowego i 1 ml roztworu azotanu srebra i dokładnie wymieszać. Badana pirydyna odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w badanym roztworze po 30 sek nie będzie intensywniejsze niż zmętnienie roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie a zawierającego w tej samej objętości:

- dla pirydyny cz.
- 2 ml kwasu azotowego
- 1 ml roztworu azotanu srebra

- 4 ml roztworu wzorcowego (0,04 mg Cl^-) dla pirydyny cz.d.a.
- 2 ml kwasu azotowego
- 2 ml roztworu azotanu srebra
- 2 ml wzorcowego roztworu (0,02 mg Cl^-).

5.2.6. Oznaczanie zawartości amoniaku

5.2.6.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny cz.d.a., roztwór 0,02n.
- b) Woda destylowana nie zawierająca dwutlenku węgla, przygotowana wg PN-68/C-06500 p. 2.2.37.
- c) Fenoloftaleina, 1-procentowy roztwór alkoholowy.

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania. 3 ml badanej pirydyny odważonej z dokładnością do 0,02 g rozpuścić w 10 ml wody i dodać 2 krople roztworu fenoloftaleiny.

Badana pirydyna odpowiada wymaganiom normy, jeżeli różowe zabarwienie roztworu nie zniknie po dodaniu:

dla pirydyny cz. - 0,02 ml 0,02n roztworu kwasu solnego,

dla pirydyny cz.d.a. - 0,1 ml 0,02n roztworu kwasu solnego.

Jeżeli zachodzi potrzeba ścisłego określenia zawartości amoniaku w pirydynie, należy zawartość (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,00036 \cdot 100}{m} \quad (2)$$

w którym:

- V - objętość 0,02n roztworu kwasu solnego zużytego do odbarwienia, ml,
- m - odważka badanej pirydyny, g,
- 0,00036 - równoważnik amoniaku odpowiadający 1 ml 0,02n roztworu kwasu solnego, g.

5.2.7. Próba na zawartość miedzi

5.2.7.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas octowy lodowaty cz.d.a.
- b) Rodanek amonowy cz.d.a., roztwór 0,1n.
- c) Woda pozbawiona dwutlenku węgla przygotowana wg PN-68/C-06500 p. 2.2.37.
- d) Chloroform.

5.2.7.2. Wykonanie oznaczania. 5 ml badanej pirydyny rozpuścić w 15 ml wody, dodać 2 ml kwasu octowego lodowatego, 5 ml roztworu rodanku amonowego i 5 ml chloroformu. Wytrząsać energicznie i pozostawić do chwili rozdzielenia się warstw. Warstwa chloroformowa nie powinna mieć zabarwienia zielonego, dopuszczalne jest zabarwienie lekko żółte.

5.2.8. Oznaczanie zawartości substancji redukujących nadmanganian potasowy. Do 4 ml badanej pirydyny odważonej z dokładnością do 0,02 g dodać:

- dla pirydyny cz. 0,5 ml 0,01n roztworu nadmanganianu potasowego,
- dla pirydyny cz.d.a. - 0,25 ml 0,01n roztworu nadmanganianu potasowego.

Pirydyna odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe różowe zabarwienie nie zniknie w ciągu 30 min.

Jeżeli zachodzi potrzeba ścisłego określenia zawartości substancji redukujących nadmanganianu potasowy w pirydynie, należy zawartość (X) (w przeliczeniu na tlen) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,00016 \cdot 100}{m} \quad (3)$$

w którym:

V - objętość 0,01n roztworu nadmanganianu potasowego zużytego do badania, ml,

m - odważka badanej pirydyny, g,

0,00016 - równoważnik substancji redukujących nadmanganian potasowy (jako tlen) odpowiadający 1 ml 0,01n roztworu nadmanganianu potasowego.

5.2.9. Rozpuszczalność w wodzie. Do 1 ml badanej pirydyny dodać 40 ml wody. Po wymieszaniu badany roztwór powinien być klarowny, bezbarwny i bez opalescencji.

5.2.10. Oznaczanie współczynnika załamania światła należy przeprowadzić refraktometrem zgodnie z PN-68/C-04952.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-69/6193-18

Symbol wg SWW: 1331-11